

# Combustion Ion Chromatography



Schnelle und zuverlässige Bestimmung von Halogenen  
und Schwefel mittels Pyrohydrolyse

# Verbrennungsaufschluss und Ionenchromatographie kombiniert in einem System

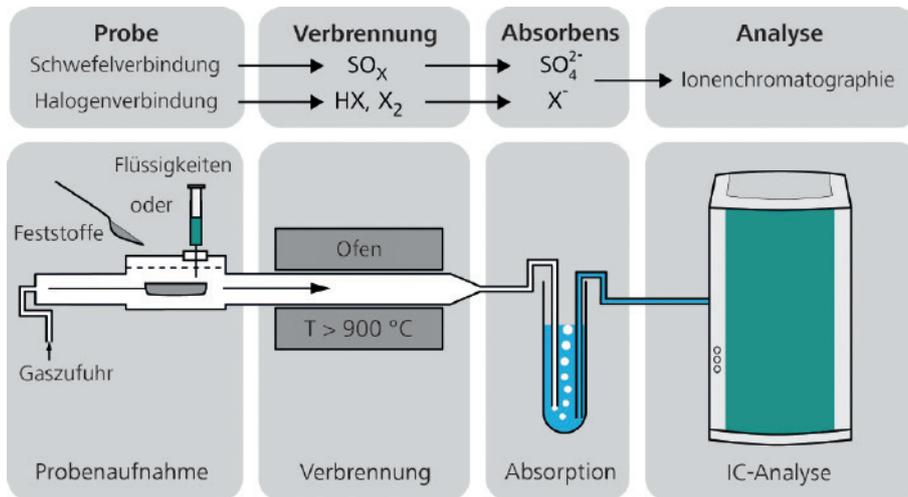
02

Die Combustion Ion Chromatographie (CIC) erweitert das Anwendungsspektrum der Ionenchromatographie auf brennbare Proben aller Art. An erster Stelle steht hierbei die simultane Bestimmung der einzelnen Halogene und Schwefel in den unterschiedlichsten Matrices.

Das CIC-System von Metrohm ist einschliesslich Proben- vorbereitung komplett automatisiert. Offline-Aufschluss- methoden ist die CIC sowohl hinsichtlich Probendurchsatz als auch Präzision und Richtigkeit der Ergebnisse überlegen. Im Unterschied zu alternativen Methoden lässt sich mit CIC die Konzentration der einzelnen Halogene differenziert angeben.

## Das Prinzip

Bei der CIC werden die Proben zunächst in der Ofeneinheit unter Argonatmosphäre aufgeschlossen und anschliessend mit Sauerstoff und Wasser verbrannt (Pyrohydrolyse). Die resultierenden gasförmigen Verbindungen werden im 920 Absorber Module in eine Absorptionslösung geleitet, die anschliessend inline in ein Metrohm Ionenchromatographie-System überführt und dort analysiert wird.



Schematische Darstellung eines Combustion IC Gesamtsystems

Konfiguration mit einem 930 Compact IC Flex Oven/SeS/PP/Deg, einem 920 Absorber Module und einem Combustion Module von Analytik Jena ausgerüstet mit Feststoffautosampler



## Die Vorteile von CIC auf einen Blick

- Erweiterter Anwendungsbereich der IC für brennbare Proben aller Art (fest, flüssig, gasförmig)
- Simultane Bestimmung von Schwefel und Halogenen
- Differenzierung der Gehalte verschiedener Halogene
- Ideal zur Überprüfung neuester Analysenstandards im Bereich halogenfreier Produkte (RoHS, WEEE ...)
- Hoher Probendurchsatz, hervorragende Präzision und Richtigkeit
- Ionenchromatographie-Software MagIC Net für Steuerung und Datenmanagement – alle Informationen in einer Probentabelle bzw. einem Report
- Flammensensor für zeitoptimierte Verbrennung mit einer universellen Methode
- FDA- und GLP-Standards werden erfüllt
- Kalibrierung mit nur einem Standard dank Metrohm intelligent Partial Loop Injektionstechnik (MiPT)
- Vollständig automatisierte Probenvorbereitung für feste und flüssige Proben mit nur einem modularen Probenwechsler

03

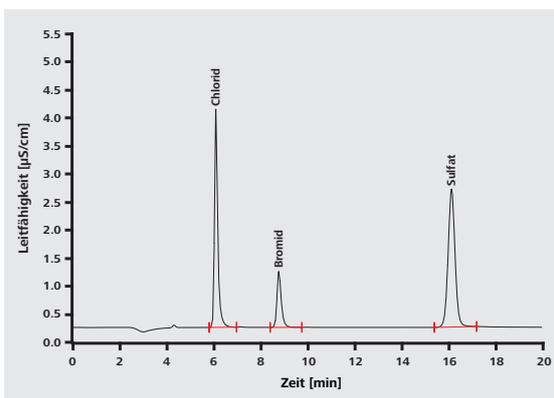


## Applikationsfelder

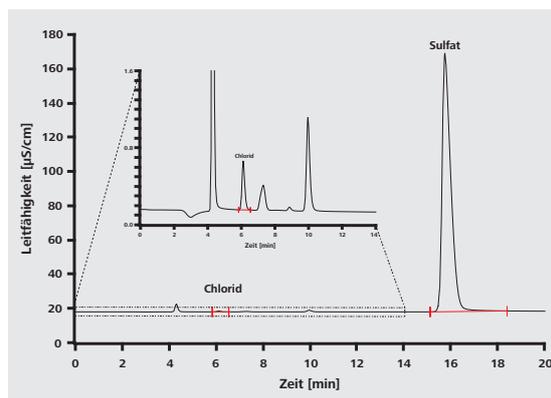
CIC eignet sich hervorragend für die Routineanalytik in den verschiedensten Bereichen, weil weder spezifische Vorkenntnisse der Probenmatrix noch eine aufwändige Methodenentwicklung erforderlich sind. Einerseits empfiehlt sich CIC für die Qualitätskontrolle von Rohstoffen, Zwischen- und Endprodukten. Andererseits eignet sich die Methode im Bereich Umweltschutz zur einfachen und exakten Kontrolle, ob die jeweiligen Gesetze, Normen und Auflagen eingehalten werden (z. B. DIN EN 228, IEC 60502-1, RoHS, WEEE, ...).

CIC ermöglicht u. a. ionenchromatographische Analysen in den folgenden Bereichen bzw. von folgenden Produkten:

- Umweltrelevante Stoffe (Öl, Plastikabfall, Glas, Aktivkohle ...)
- Elektronik-Bauteile (Leiterplatten, Harz, Kabel, Isolierungen ...)
- Brennstoffe (Benzin, Kerosin, Rohöl, Heizöl, Kohle, Katalysatoren, Butan, Propan, Erdgas ...)
- Kunststoffe (Polymere wie Polyethylen, Polypropylen, ...)
- Farben (Pigmente, Lacke, ...)
- Pharmazeutische Produkte (Rohsubstanzen, Zwischen-, Endprodukte, ...)
- Lebensmittel (Speiseöle, Gewürze, Duft- und Geschmacksstoffe, ...)



Wiederfindung von Halogenen und Schwefel in zertifizierten Polyethylen-Pellets ERM-EC681k: Chlorid: 102.4 %, Bromid 95.4 %, Schwefel 100.3 %. Injektionsvolumen 20 µL

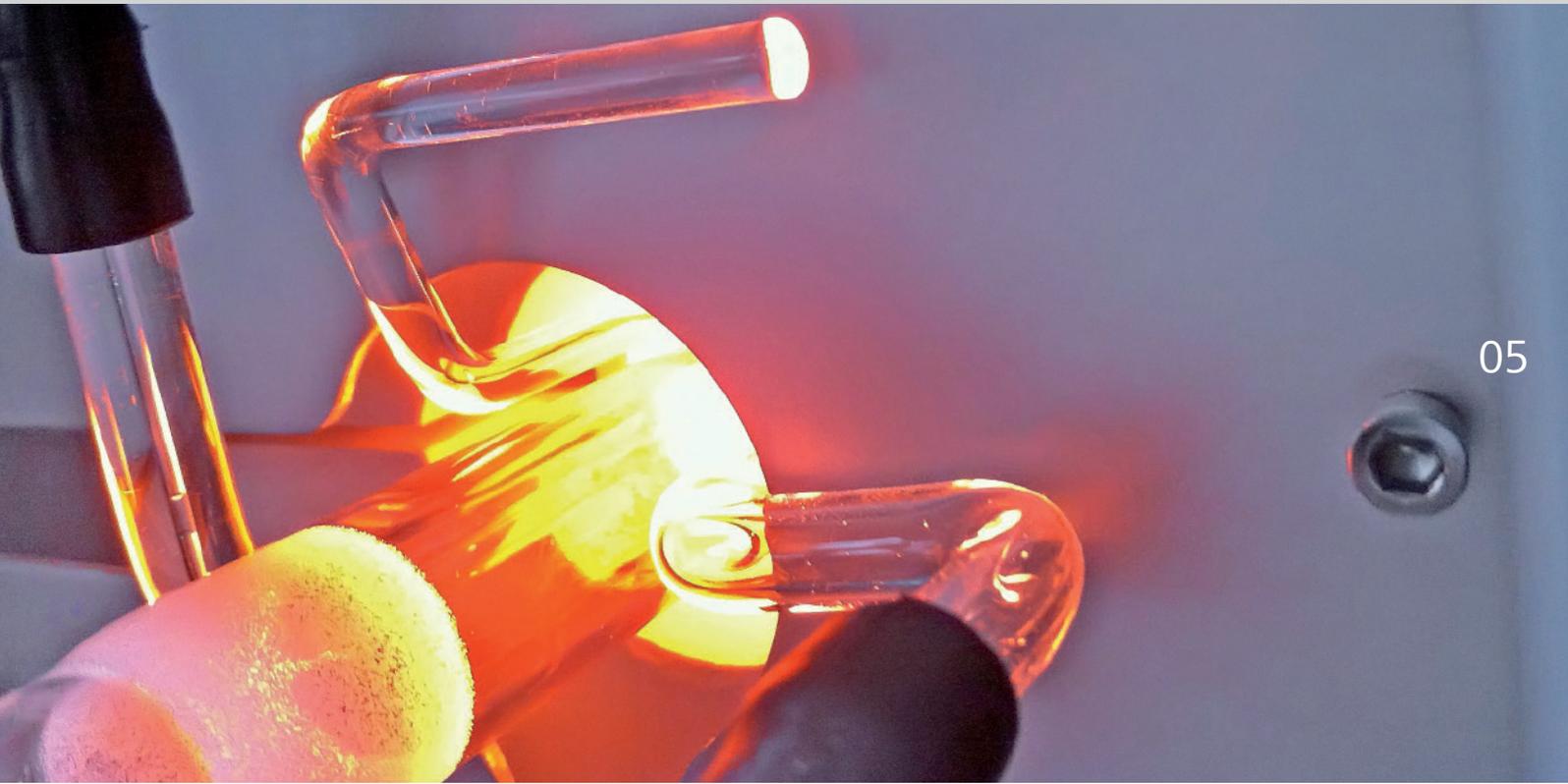


Wiederfindung von Halogenen und Schwefel in Kohlereferenzmaterial NIST 2682b: Chlorid: 103.4 %, Schwefel 96.8 %. Injektionsvolumen 100 µL

Bedingungen (rechts und links): Metrosep A Supp 5 - 150/4.0; Eluent: 3.2 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 1.0 mmol/L  $\text{NaHCO}_3$ , 0.7 mL/min; Säulentemperatur 30 °C; Ofentemperatur 1050 °C; Absorptionslösung: 100 mg/L  $\text{H}_2\text{O}_2$

### Metrohm CIC erfüllt zahlreiche internationale Normen und Standards, beispielsweise:

- ASTM D7359-14** Standard Test Method for Total Fluorine, Chlorine and Sulfur in Aromatic Hydrocarbons and Their Mixtures by Oxidative Pyrohydrolytic Combustion followed by Ion Chromatography Detection (Combustion Ion Chromatography-CIC)
- UOP991-13** Chloride, Fluoride, and Bromide in Liquid Organics by Combustion Ion Chromatography (CIC)
- ASTM D5987-96** Standard Test Method for Total Fluorine in Coal and Coke by Pyrohydrolytic Extraction and Ion Selective Electrode or Ion Chromatograph Methods
- ASTM D7994-17** Standard Test Method for Total Fluorine, Chlorine, and Sulfur in Liquid Petroleum Gas (LPG) by Oxidative Pyrohydrolytic Combustion Followed by Ion Chromatography Detection (Combustion Ion Chromatography-CIC)



Ein Flammensensor misst die Intensität des Lichtes im Combustion Module und steuert den Verbrennungsaufschluss automatisch.

### Verbrennungsaufschluss automatisch gesteuert

Die CIC von Metrohm besteht aus einem Combustion Module von Analytik Jena und einem Absorptions- und IC-Teil von Metrohm. Im Combustion Module kann der Probenaufschluss automatisch gesteuert werden. Das Prinzip ist einfach: Ein Lichtleiter leitet das bei der Verbrennung erzeugte Licht aus dem Pyrolyseofen an einen optischen Sensor. Dieser misst die Intensität des Lichts und steuert proportional dazu den Vorschub des Probenschiffchens in den Ofen. Dadurch wird die Dauer der Verbrennung so optimiert, dass diese einerseits stets vollständig ist (keine Russbildung), andererseits aber auf Wartezeiten als Sicherheitspuffer verzichtet werden kann.

Dank der automatisierten Steuerung des Probenaufschlusses entfällt die Methodenentwicklung für die Verbrennung komplett; sowohl unterschiedliche Proben als auch unterschiedliche Probenmengen können mit einer universellen «Methode» behandelt werden. Wenn bestimmte Normen erfüllt werden müssen, die eine Verbrennung über einen definierten Zeitraum bei einer bestimmten Temperatur vorschreiben, kann die Probenzuführung in den Ofen auch manuell programmiert werden.

### Probenwechsler

Der Autosampler MMS 5000 sorgt für die vollautomatische Aufgabe von festen und flüssigen Proben. Mit dem passenden Kit für flüssige respektive feste Proben kann dieser Multi Matrix Probengeber ohne grossen Aufwand

innerhalb von Minuten umgebaut werden. Das Verbrennungssystem bleibt unangetastet und kann deshalb innerhalb weniger Minuten wieder in Betrieb genommen werden.



Automation der CIC. Ob flüssige oder feste Proben – der Autosampler MMS 5000 erlaubt beides.

## Arbeiten zuverlässig unter hohem Druck: LPG/GSS Gas Module und LPG Module

06

Mit dem LPG/GSS Gas Module können sowohl verflüssigte Gase (LPG) als auch gasförmige Proben (GSS) wie beispielsweise Erdgas mittels Combustion IC analysiert werden. Das LPG Module hingegen ist auf die Analyse von LPG-Proben beschränkt, wobei diese jedoch unter höherem Druck stehen dürfen. Die freie Wahl des Dosiervolumens erlaubt die Kalibrierung eines weiten Konzentrationsbereichs ohne dass es hierfür einen weiteren Kalibriergasstandard benötigt. Zudem ist durch die separaten Flusspfade für LPG und GSS im LPG/GSS Gas Module jegliches Kontaminationsrisiko ausgeschaltet.

MagiC Net steuert die Gas Module vollautomatisch. Für die Dosierung von Flüssiggasen wird ein spezielles Dosierventil mit Peltierkühlung eingesetzt. So kann ein vorzeitiges Entspannen der Probe verhindert werden. Das flüssige Gas wird nach der Probennahme in einer beheizten Kammer verdampft. Somit können auch schwerer flüchtige Komponenten in den gasförmigen Zustand gebracht werden. Die komplette Überführung der Probe in das Verbrennungssystem wird zusätzlich durch einen permanenten Argon-Spülgasfluss unterstützt. Dadurch werden Memory-Effekte verhindert.

2.136.0720  
LPG/GSS Gas Module für  
die Analyse flüssiger und  
gasförmiger Gase

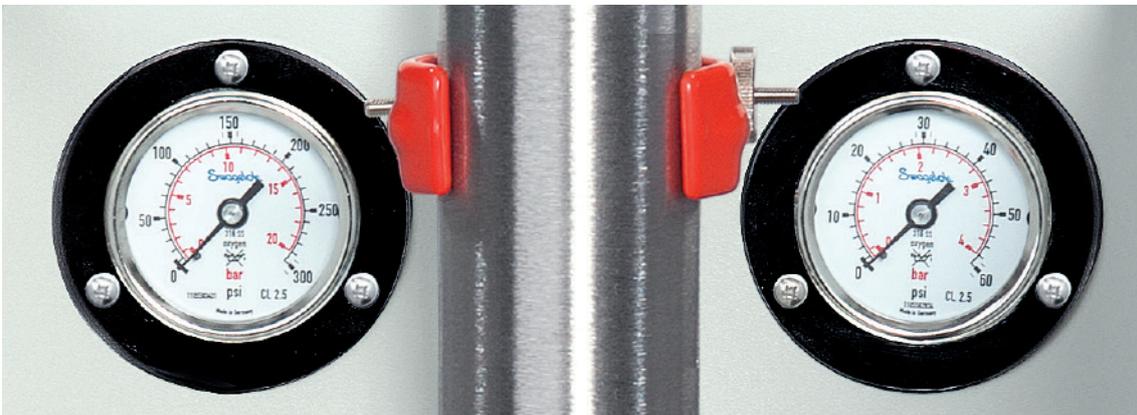


2.136.0740  
LPG Module für  
die Analyse von LPG



### Die wichtigsten Eckpunkte für die Gasanalyse mit Combustion IC

	LPG/GSS Gas Module		LPG Module
<b>Probenzylinderdruck</b>	max. 18 bar (260 psi)	max. 250 bar (3625 psi)	max. 31 bar (450 psi)
<b>Druck auf Probenventil</b>	Gegeben durch Probenzylinder	0.7–1.7 bar, typischerweise bei 1 bar	Gegeben durch Probenzylinder
<b>Probenvolumen</b>	1–250 $\mu$ L in 1- $\mu$ L-Schritten	1–65 mL in 250- $\mu$ L-Schritten	1–250 $\mu$ L in 1- $\mu$ L-Schritten
<b>Temperatur Entspannungskammer</b>	85 °C	–	85 °C



# CIC im Überblick

08

## Einfaches Arbeiten

Ist die Probentabelle erst einmal erstellt, arbeitet das Combustion IC System vollautomatisch. Alle Parameter werden durch eine einzige Software, MagIC Net, gesteuert. Nach einer Bestimmungsserie wird das System automatisch abgestellt, wodurch Kosten, beispielsweise für teure Gase, gespart werden.

## Sehr flexibel

Dank des MMS 5000 Probenwechslers ist das System sehr flexibel. Innerhalb von zwei Minuten kann der Probenwechsler von Feststoffproben auf Flüssigproben umgerüstet werden. Es wird daher nur ein Probenwechsler benötigt. Zudem muss beim Wechsel zwischen verschiedenen Arten von Proben die gasführende Verbindung zwischen ABD und Ofeneinheit nicht neu ausgerichtet werden; dies spart wertvolle Zeit.



## Spielend kalibrieren

Durch die Nutzung der Metrohm intelligenten Partial-Loop Injektionstechnik «MiPT» kann mit einem einzigen Multiionenstandard schnell, zuverlässig und vor allem automatisch kalibriert werden. Dies spart Zeit und ist weniger fehleranfällig.

### Zuverlässig

Die CIC ist Offline-Auflösungsmethoden sowohl hinsichtlich Probendurchsatz als auch Präzision und Richtigkeit der Resultate überlegen. Zuverlässigkeit gewinnt die Methode zudem durch Checkstandards für die Kalibrierung und Referenzmaterialien für die Proben.

### Flammensensortechnik

Ob Feststoff- oder Flüssigproben analysiert werden oder die Probenmenge variiert wird, der Flammensensor optimiert den Verbrennungsprozess. Dadurch ist in jedem Fall eine zeitoptimierte und russfreie Verbrennung garantiert.



### Kein interner Standard notwendig

MagIC Net dokumentiert sämtliche Flüssigkeiten, die zur Absorptionslösung dosiert werden. Somit entfällt die Notwendigkeit eines internen Standards in der Absorptionslösung. Ein unerwünschter Verdünnungseffekt entfällt und Interferenzen im Chromatogramm zwischen internem Standard und Analyten werden vermieden.

## Perfektes Liquid Handling – das 920 Absorber Module

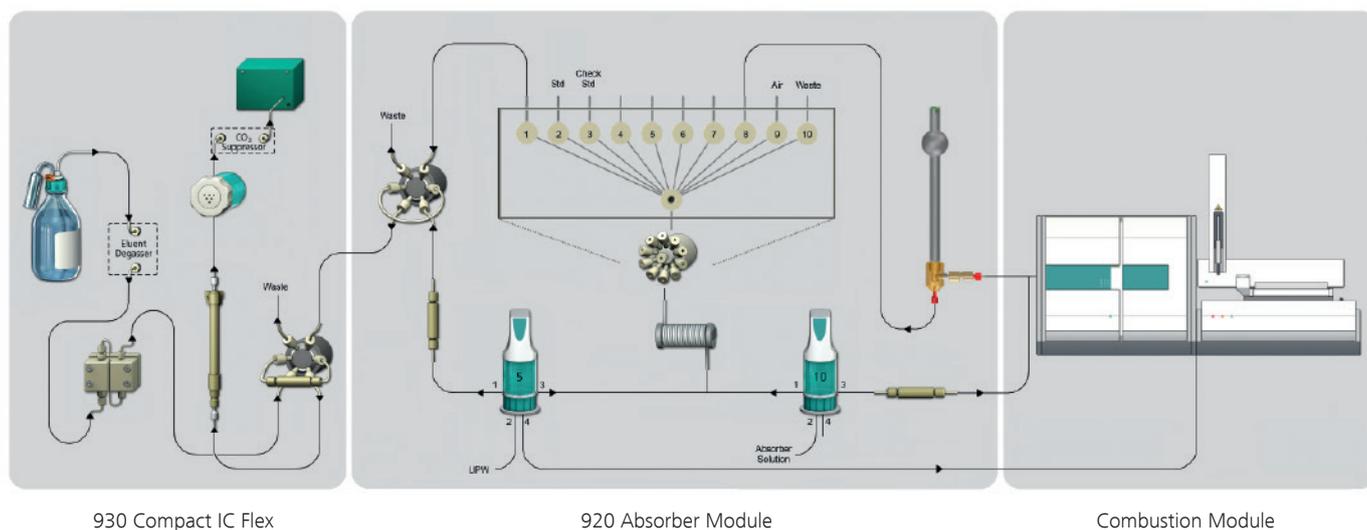
10

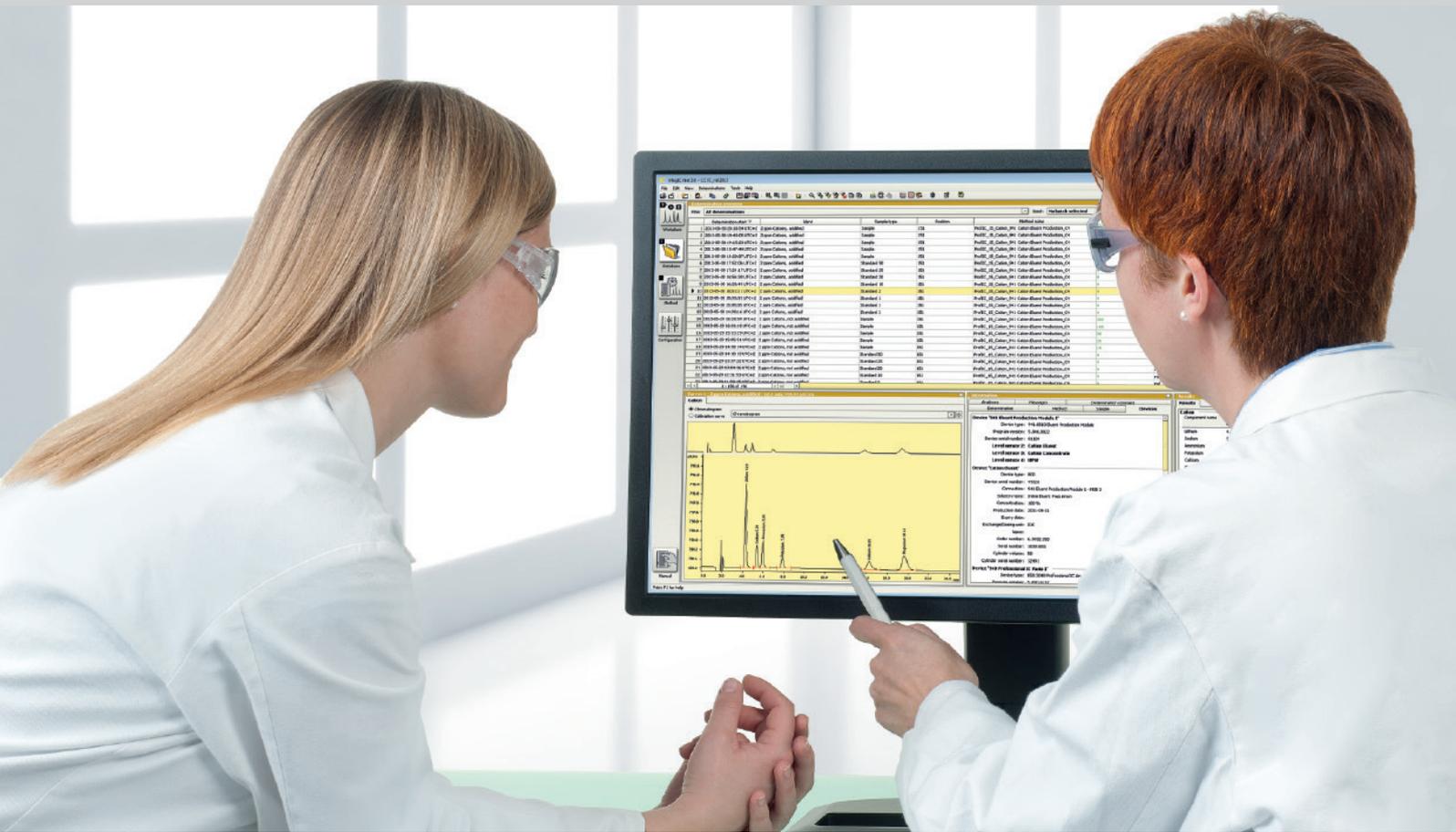
Combustion Module und Ionenchromatograph sind im CIC-System von Metrohm über das 920 Absorber Module miteinander verbunden. Das 920 Absorber Module sorgt dafür, dass die gasförmigen Verbindungen der Analyten gelöst werden. Das professionelle Liquid Handling umfasst daneben auch den Wassereintrag für die Verbrennung, die Matrixeliminierung des Oxidationsmittels Wasserstoffperoxid sowie Spülprozeduren.

Zudem kann aus einem einzigen Multiionenstandard mit der intelligenten Partial Loop Injektionstechnik (MiPT) eine automatische Kalibrierung des Analysensystems erstellt werden. Da MiPT flexible Injektionsvolumen (4–200 µL) erlaubt, wird ein grosser Konzentrationsbereich abgedeckt.

Für das gesamte Liquid Handling stehen ein 10-Port-Ventil, ein 6-Port-Injektionsventil und zwei patentierte Dosiereinheiten vom Typ Metrohm 800 Dosino zur Verfügung.

Das 920 Absorber Module kann zudem für die direkte Absorption von Gasverbindungen ( $\text{NH}_3$ ,  $\text{HNO}_2$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{SO}_2$ ) aus der Luft als semi-online Sampler eingesetzt werden. Auf diese Weise können beispielsweise flüchtige organische Säuren (Salzsäure, Schwefelsäure) in Prozessabgasen oder in der Umgebungsluft an Arbeitsplätzen überwacht werden.





## Einfache Bedienung mit MagIC Net Software

Das CIC-Gesamtsystem wird mit MagIC Net, der bewährten Software für die Ionenchromatographie gesteuert. MagIC Net bietet grosse Flexibilität hinsichtlich Konfiguration, Layout und Programmierung. Dem User stehen umfassende Überwachungs- und Kontrollfunktionen zur Verfügung. MagIC Net erfüllt alle FDA- und GLP-Anforderungen und ist zudem in zahlreichen Sprachen verfügbar. Ein modernes Datenmanagement und ein leistungsstarker Reportgenerator runden das Paket ab.

MagIC Net garantiert eine einfache, robuste und zuverlässige Handhabung des Systems. Dank einem intelligenten Bedienkonzept behält der Anwender stets die Übersicht über alle Flüssigkeitsmengen, die in die Absorptionslösung eingetragen werden. Daher kann ohne einen internen Standard oder andere Hilfsmittel gearbeitet werden.

# Bestellinformation

Die Metrohm vertreibt das Gesamtsystem inklusive Installation, Service und Schulung aus einer Hand.

## Geräte

### Combustion-IC-Pakete

#### 2.930.9010 Metrohm Combustion IC PP. Das Paket beinhaltet:

2.930.2560	Compact IC Flex Oven/SeS/PP/Deg
2.850.9010	IC Conductivity Detector
2.920.0010	Absorber Module
2.136.0700	Combustion Module (Ofen und ABD)
6.2832.000	MSM Rotor A
6.2842.020	Adapter für Vario zu MSM
6.6059.321	MagIC Net 3.2 Compact
6.1006.340	Metrosep A PCC 2 HC/4.0

#### 2.930.9020 Metrohm Combustion IC DR. Das Paket beinhaltet:

2.930.2460	Compact IC Flex Oven/SeS/Deg
2.850.9010	IC Conductivity Detector
2.920.0010	Absorber Module
2.136.0700	Combustion Module (Ofen und ABD)
6.2832.000	MSM Rotor A
6.2842.020	Adapter für Vario zu MSM
6.6059.321	MagIC Net 3.2 Compact
6.1006.340	Metrosep A PCC 2 HC/4.0
2.800.0020	800 Dosino
6.3032.120	Dosing Unit 2 mL

2.136.0700	Combustion Module (Ofen und ABD)
2.136.0710	Auto Boat Drive (ABD)
2.136.0720	LPG/GSS Module (inkl. Kopplung an ABD)
2.136.0730	Combustion Module (Ofen und LPG/GSS, inkl. direkte Kopplung 6.7304.030 an den Ofen)
2.136.0740	LPG Module (inkl. Kopplung an ABD)
2.136.0750	Combustion Oven
6.7304.030	Direkte Kopplung vom LPG/GSS Module an den Ofen

### Probenwechsler

2.136.0800	Autosampler MMS 5000 (Probenrack nicht inbegriffen)
6.7302.000	MMS 5000 Kit für Solid Samples
6.7303.000	MMS 5000 Kit für Liquid Samples

### Säulen

6.01032.420	Metrosep A Supp 17 - 150/4.0
6.01032.500	Metrosep A Supp 17 Guard/4.0

[www.metrohm.com](http://www.metrohm.com)

